

(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.⁶
B22F 3/20

(11) 공개번호 특2000-0042176
(43) 공개일자 2000년07월15일

| | |
|-----------|---|
| (21) 출원번호 | 10-1998-0058284 |
| (22) 출원일자 | 1998년12월24일 |
| (71) 출원인 | 주식회사 풍산 정훈보 인천광역시 계양구 효성동 324-6한서금속 공업 주식회사 김두호 충청남도 당진군 신평면 거산리 산 120-1재단법인 포항산업과학연구원 신현준 |
| (72) 발명자 | 경상북도 포항시 남구 효자동 산 32번지 윤태식 경상북도 포항시 남구 효자동 산32 포항산업과학연구원 내 안상호 경상북도 포항시 남구 효자동 산32 포항산업과학연구원 내 김경호 경상북도 포항시 남구 효자동 산32 포항산업과학연구원 내 김두한 경상북도 경주시 안강읍 산대리 2222 김종엽 충청남도 당진군 신평면 거산리 산 120-1 신평특별농공단지 전영일 |
| (74) 대리인 | |

심사청구 : 있음

(54) 오스테나이트계 스테인레스의 분말사출 성형방법

요약

본 발명은 경제적인 고압수분무 분말을 사용하여 소결체의 밀도향상 및 기계적 특성을 향상시킬 수 있는 오스테나이트계 스테인레스의 분말사출 성형방법을 제공하는 데 그 목적이 있다.

위와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명은, 오스테나이트계 스테인레스 분말과 열가소성 결합제를 혼합하는 단계와, 혼합단계에서 혼합된 혼합물을 사출성형가능한 펠렛으로 제조하고 원하는 형상의 금형내로 사출성형하여 사출성형체를 제조하는 단계와, 사출성형체 중의 결합제를 제거하는 단계 및, 결합제가 제거된 탈지체를 고온에서 소결하는 단계를 포함하는 분말사출 성형방법에 있어서, 탈지체의 기공이 8%이상인 1000 ~ 1100℃의 수소분위기에서 환원처리한다. 그리고, 결합제는 용매를 추출하고 열분해하는 방법으로 제거한다.

도표도

도1

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 한 실시예에 따른 오스테나이트계 스테인레스의 분말사출 성형방법을 도시한 흐름도이고,

도 2는 본 발명에 사용되는 사출성형된 시험시편을 도시한 도면.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 오스테나이트계 스테인레스의 분말사출 성형방법에 관한 것이며, 특히, 결합제 제거 및 열처리

공정을 효과적으로 처리함으로써 오스테나이트계 스테인레스의 강도를 향상시킬 수 있는 오스테나이트계 스테인레스의 분말사출 성형방법에 관한 것이다.

금속분말 사출성형공정은 미세한(평균입경 20 μ m 이하) 분말과 고분자 결합제(주로, 열가소성 결합제)를 혼합하는 혼합제 제조공정과, 사출성형기에 장착되어 있는 금형내로 혼합제를 원하는 형상으로 사출성형하여 사출성형체를 제조하는 공정과, 사출성형체에서 결합제를 제거하는 결합제 제거공정 및, 탈지체를 최종의 고온에서 소결하여 후가공이 거의 불필요한 정형(net shape)의 제품을 제조하는 공정으로 구성되어 있다.

이런 금속분말 사출성형법을 이용하여 오스테나이트계 스테인레스 부품을 제조하는 것은 여러 가지 장점을 갖는다. 즉, 일반 탄소강보다 가공하기 어려운 오스테나이트계 스테인레스는 금속분말 사출성형법에 의하여 재료의 절감과 대량생산이 가능하고, 성형 및 압축방법의 상대밀도 85%~90%에 비하여 통상 95%이상의 고밀도화가 가능하여 보다 향상된 내식성 등 기계적 우수성을 얻을 수 있다. 그 중에서도 비자성을 갖는 316L 오스테나이트계 스테인레스는 내식성 및 내마모성의 특성이 우수하여 가장 많이 응용되고 있다.

미국의 MPIF(Metal Powder Industry Federation)의 표준 규격에는 금속분말 사출성형법에 의한 316L 오스테나이트계 스테인레스의 소결특성을 다음과 같이 규정하고 있다. 즉, 소결밀도는 7.6g/cm³(상대밀도 > 95%) 이상이고, 인장강도는 140-175Mpa, 인장강도는 455-525Mpa, 연신율은 40-50%이다. 또한, 탄소는 0.03wt% 이하이어야 한다. 그러나, 316L 오스테나이트계 스테인레스의 소결강도는 결합제 제거조건, 소결분위기 등에 매우 민감하여 요구되는 기계적 물성의 달성이 매우 곤란하다는 단점이 있다.

그리고, 금속분말 사출성형법에는 원료분말이 사용되는 데, 이런 원료분말은 고압수분무법이나 가스분무법에 의하여 제조된 것이 일반적으로 사용된다.

이 때, 고압수분무법에 의한 분말은 용탕으로부터 분말을 입자화할 때에 물을 사용하므로 제조단가는 낮으나, 분말이 산화되어 약 0.3~0.4wt%의 산소량이 잔류하게 될 뿐만 아니라 형상이 불규칙하여 입자의 종전특성이 낮아 소결시 불리하다는 단점이 있다. 그리고, 가스분무법에 의한 분말은 산소량이 0.1~0.15wt%로 낮고 입자형상이 구형이며 종전밀도가 높아 소결시 고밀도를 용이하게 달성할 수 있으나, 고가인 단점이 있다. 그러나, 가스분무법에 의한 분말을 사용한 일례로 평균입경이 11.4 μ m이고 분말부피 충전율이 69%인 경우[G.R.White and R.M.German, Adv. In Powder Metall. & Particulate Materials, vol.4, 1994, p185.]의 항복강도와 인장강도는 각각 195Mpa 및 463Mpa로 MPIF의 규격을 만족하나 소결 상대밀도는 93.7%이고 연신율은 35%로서 규격에 못미친다. 또한, 평균입경이 15.4 μ m인 고압수분무된 분말을 사용하여 소결한 경우[P.K. Minuth, P. Kunert, D. Meinhardt, F. Petzoldt and G. Veltl, Adv. in Powder Metall. & Particulate Materials, 3-11(1994) p65.]에는 인장강도가 약 390Mpa이고 연신율이 약 22%로서 역시 규격에 못미친다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

따라서, 본 발명은 앞서 설명한 바와 같은 종래기술의 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로서, 경제적인 고압수분무 분말을 사용하여 소결체의 밀도향상 및 기계적 특성을 향상시킬 수 있는 오스테나이트계 스테인레스의 분말사출 성형방법을 제공하는 데 그 목적이 있다.

발명의 구성 및 작용

앞서 설명한 바와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명은, 오스테나이트계 스테인레스 분말과 열가소성 결합제를 혼합하는 단계와, 상기 혼합단계에서 혼합된 혼합물을 사출성형가능한 펠렛으로 제조하고 원하는 형상의 금형내로 사출성형하여 사출성형체를 제조하는 단계와, 상기 사출성형체 중의 결합제를 제거하는 단계 및, 상기 결합제가 제거된 탈지체를 고온에서 소결하는 단계를 포함하는 분말사출 성형방법에 있어서, 상기 탈지체의 기공이 8%이상인 1000 ~ 1100 $^{\circ}$ C의 수소분위기에서 환원처리한다. 그리고, 상기 결합제는 용매를 추출하고 열분해하는 방법에 의해 제거되는 것이 양호하다.

본 발명에 사용된 분말은 고압수분무법으로 제조된 것으로서 평균입경은 10 μ m이하인 것이 바람직하다. 이 때, 평균입경이 이 보다 큰 경우에는 기공이 8% 이상인 예비소결체를 환원처리하여도 입자가 조대하여 7.6g/cm³ 이상의 소결밀도를 달성하기 곤란하다.

또한, 결합제의 제거는 용매추출 후 대기나 수소를 사용하여 열분해하는 2단계 공정이나, 열분해 공정만을 사용하는 것이 가능하다. 이 때, 열분해 공정에 있어서, 대기를 사용할 경우에는 결합제의 제거온도가 높을수록 탈지체의 산소량이 증가되므로 예비환원처리 및 최종 수소소결 후에도 잔류하는 산화물의 양이 증가하여 연신율이 감소된다. 그리고, 탄소량의 경우에는 탈지공정 후 탈지체에 잔류하는 탄소량을 1wt%이하로 제어하여야 소결공정후의 잔류탄소량을 제어할 수 있다.

그리고, 탈지공정 후의 예비환원처리는 최종 소결온도 도달전에 기공이 8% 이상인 조건에서 처리한다. 이 때, 기공이 8%미만이면 기공이 폐쇄되어 환원에 사용되는 수소가스가 성형체의 내부까지 침투하기 곤란하다. 또한, 기공이 8%이상이라고 하더라도 예비환원온도가 낮을 경우에는 오스테나이트계 스테인레스 분말에 존재하는 산화물을 제거하기 용이하지 않기 때문에 기공률과 예비환원온도를 제어하는 것이 중요하다. 본 발명에서는 예비환원온도로서 1000~1100 $^{\circ}$ C가 바람직하며 환원시간은 1~4시간이 적당하다. 이 때, 환원시간을 4시간 이상으로 하면 성형체내의 기공이 거의 모두 폐기공으로 변화되기 때문에 수소에 의한 환원효과를 갖기 곤란하다.

본 발명에 사용되는 오스테나이트계 스테인레스강 분말의 주요 원소는 철, 니켈, 크롬이며, 공정조건에 가장 민감한 원소는 크롬이다. 그리고, 순수한 크롬에 있어서, 소결온도가 1260 $^{\circ}$ C인 경우 노내의 미슬점(-32 $^{\circ}$ C)이하로 제어되어야 산화물의 형성을 최소화할 수 있다. 그리고, 스테인레스강 중의 크롬은 철에 고용된 상태로 존재하므로 활동도계수가 1이하이고, 크롬 산화물이 존재할 경우에는 거의 순수하므로 활동도계수가 1이라고 볼 수 있어 표준자유에너지의 변화는 주어진 온도에서 더욱 음의 방향으로 치우

치므로 크롬 산화물의 환원을 위해서는 온도에 따른 미슬점의 제어도 중요하다.

<실시에>

아래에서, 본 발명에 따른 오스테나이트계 스테인레스의 분말사출 성형방법의 양호한 실시예를 첨부한 도면을 참조하여 상세히 설명하겠다.

도면에서, 도 1은 본 발명의 한 실시예에 따른 오스테나이트계 스테인레스의 분말사출 성형방법을 도시한 흐름도이다.

본 발명의 금속분말은 표 1과 같은 화학조성을 갖는 평균입경이 8 μ m인 316L 오스테나이트 스테인레스 분말을 사용한다. 그리고, 사출성형용 혼합체는 금속분말과 결합제가 부피비로 53대 47로 시그마형 혼합기에서 150℃에서 1시간동안 혼합된다. 그리고, 본 발명의 결합제는 20wt% 에틸렌비닐 아세테이트와 80wt% 파라핀 왁스로 구성하고, 금속분말 혼합체는 냉각 후 파쇄하여 도 2와 같은 사출성형체를 제조하여 실험한다.

[표 1]

| Cr | Ni | Mo | Si | C | O ₂ | Fe |
|------|------|-----|------|------|----------------|------|
| 16.3 | 12.2 | 2.0 | 0.86 | 0.02 | 0.37 | bal. |

그리고, 결합제의 제거는 용매추출 후 열분해하는 2단계 공정을 사용한다. 이 때, 용매추출은 용매에 시편을 담그는 방식(immersion method)으로 행하고, 용매로는 지방족계 석유 용제(예, 헥산)를 사용한다. 이 때의 처리조건은 45℃에서 7시간 이상 처리하여 결합제 성분 중의 파라핀 왁스를 95%이상 제거하고, 용매추출된 사출성형체는 대기 또는 수소 분위기에서 열분해 공정을 행한다. 그리고, 열분해 공정은 용매추출된 사출체를 알루미늄 기판에 올려놓고 상압에서 처리하고, 이 때의 수평 관상로에서의 유량은 1L/min으로 한다.

그리고, 예비환원 처리 및 소결은 대기 또는 수소 열분해 조건에 따른 탈지체를 1000~1350℃의 온도범위에서 행한 후 소결체의 수증 밀도, 잔류 탄소, 인장 특성 등을 평가한다. 이 때의 인장시험은 Instron 8501을 사용하여 항복응력, 인장강도 및 연신률을 크로스 헤드속도(cross head speed) 5mm/min에서 측정하고, 예비환원 처리 및 소결은 순수한 수소 분위기(미슬점 -40C)에서 행한다.

표 2에는 앞서 설명한 바와 같은 과정을 따라 실험한 발명예와 비교예를 비교한 기계적 특성값이 나타나 있다.

[표 2]

| 시험조건 | | | | | 시험조건 및 측정 | | | | | | |
|-------|-----|---------------|---------------|--------------|------------|------------|------------------------------|---------------|---------------|------------|---------------|
| 구분 | 분위기 | 평균 온도 (°C) | 산화탄소 (wt%) | 산화철 (wt%) | 예비조건 | 격출조건 | 수축밀도 (g/cm ³) | 항복강도 (MPa) | 인장강도 (MPa) | 연신율 (%) | 잔류탄소 (wt%) |
| | | | | | | | | | | | |
| 비교예1 | 수소 | 500 | 0.2 | 0.38 | - | 1350°C-1시간 | 7.52 | 214 | 521 | 50 | 0.06 |
| | 대기 | 400 | 0.06 | 0.85 | - | 1350°C-1시간 | 7.55 | 218 | 288 | 15 | <0.01 |
| 비교예2 | 대기 | 500 | 0.03 | 0.92 | 1100°C-1시간 | 1350°C-1시간 | 7.62 | 200 | 480 | 32 | <0.01 |
| 비교예3 | 수소 | 500 | 0.2 | 0.32 | 1200°C-1시간 | 1350°C-1시간 | 7.55 | 215 | 530 | 48 | 0.05 |
| 비교예4 | 수소 | 500 | 0.2 | 0.38 | 1000°C-1시간 | 1350°C-1시간 | 7.50 | 195 | 440 | 40 | 0.03 |
| 비교예5 | 수소 | 500 | 0.2 | 0.32 | 1100°C-4시간 | 1350°C-1시간 | 7.48 | 190 | 420 | 38 | 0.03 |
| 비교예6 | 대기 | 400 | 0.06 | 0.85 | 1000°C-2시간 | 1350°C-1시간 | 7.62 | 215 | 405 | 51 | <0.01 |
| 비교예7 | 대기 | 300 | 0.55 | 0.75 | 1100°C-1시간 | 1350°C-1시간 | 7.65 | 212 | 510 | 54 | 0.03 |
| 비교예8 | 대기 | 400 | 0.06 | 0.85 | 1100°C-1시간 | 1350°C-1시간 | 7.64 | 207 | 490 | 49 | 0.03 |
| 비교예9 | 수소 | 500 | 0.2 | 0.38 | 1100°C-1시간 | 1350°C-1시간 | 7.62 | 219 | 540 | 53 | 0.03 |
| 비교예10 | 수소 | 500 | 0.2 | 0.38 | 1100°C-4시간 | 1350°C-1시간 | 7.65 | 220 | 545 | 52 | 0.02 |

표 2에서 알 수 있듯이, 비교예 1(평균입경 8 μ m의 316L 오스테나이트 스테인레스 분말)은 수소 분위기에서 500°C까지 탈지한 후 예비완원처리를 거치지 않고 승온하여 소결한 경우로서 소결밀도가 미국의 MP1F 표준에 못미치고 탄소도 많이 잔류하여 오스테나이트 316L의 기준에 적합하지 않았다.

그리고, 비교예 2(평균입경 8 μ m의 316L 오스테나이트 스테인레스 분말)는 대기에서 400°C까지 탈지한 후 예비완원처리를 거치지 않고 승온하여 소결한 경우로서 소결밀도, 인장강도, 연신을 등이 MP1F 표준에 미흡하였다.

그리고, 비교예 3(평균입경 8 μ m의 316L 오스테나이트 스테인레스 분말)은 대기에서 500°C까지 탈지한 후 예비완원처리를 1시간동안 처리하였으나 탈지시 산소량이 0.9wt%를 넘어 소결밀도는 증가하였으나 연신을

이 저하되었다.

그리고, 비교예 4(평균입경 $8\mu\text{m}$ 의 316L 오스테나이트 스테인레스 분말)는 예비환원온도를 1200°C 로 처리한 경우로서 기공이 8%미만으로 잔류하여 산화물의 환원과 탈탄이 효과적으로 행하여 지지 않아 소결밀도와 탄소량이 부적합하였다.

그리고, 비교예 5(평균입경 $8\mu\text{m}$ 의 316L 오스테나이트 스테인레스 분말)는 예비환원온도를 1000°C 로 처리한 경우로서 소결밀도가 부적합하였다.

그리고, 비교예 6은 평균입경 $15\mu\text{m}$ 분말을 사용한 경우로서 소결밀도와 연신율이 부적합하였다.

그러나, 발명에 1-5는 모든 처리 조건에서 평균입경 $8\mu\text{m}$ 의 316L 오스테나이트 스테인레스 분말을 사용한 경우로서, 소결밀도, 항복강도, 인장강도, 연신률 및 탄소량이 미국의 MP1F 규격을 만족하였다.

본명의 효과

앞서 상세히 설명한 바와 같이 본 발명의 오스테나이트계 스테인레스의 분말사출 성형방법은 탈지체의 기공이 8%이상인 $1000 \sim 1100^{\circ}\text{C}$ 의 수소분위기에서 환원처리함으로써 소결체의 밀도향상 및 기계적 특성을 향상시킬 수 있다.

이상에서 본 발명의 오스테나이트계 스테인레스의 분말사출 성형방법에 대한 기술사상을 첨부도면과 함께 기술하였지만 이는 본 발명의 가장 양호한 실시예를 예시적으로 설명한 것이지 본 발명을 한정하는 것은 아니다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

오스테나이트계 스테인레스 분말과 열가소성 결합제를 혼합하는 단계와, 상기 혼합단계에서 혼합된 혼합물을 사출성형가능한 펠렛으로 제조하고 원하는 형상의 금형내로 사출성형하여 사출성형체를 제조하는 단계와, 상기 사출성형체 중의 결합제를 제거하는 단계 및, 상기 결합제가 제거된 탈지체를 고온에서 소결하는 단계를 포함하는 분말사출 성형방법에 있어서,

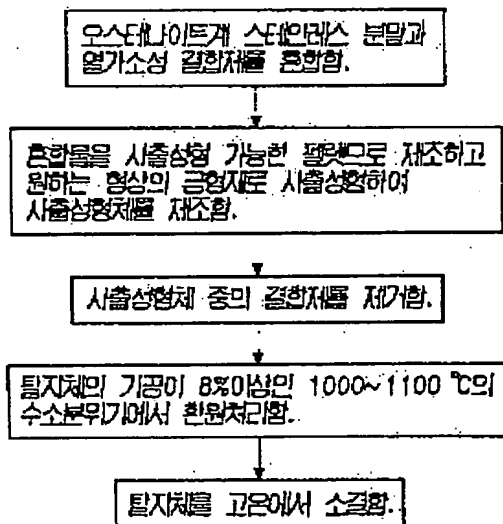
상기 탈지체의 기공이 8%이상인 $1000 \sim 1100^{\circ}\text{C}$ 의 수소분위기에서 환원처리하는 것을 특징으로 하는 분말사출 성형방법.

청구항 2

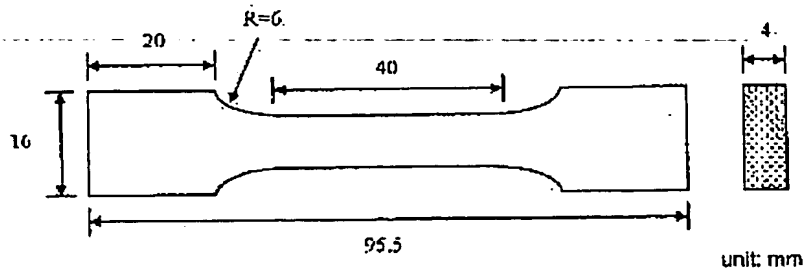
제1항에 있어서, 상기 결합제는 용매를 추출하고 열분해하는 방법에 의해 제거되는 것을 특징으로 하는 분말사출 성형방법.

도면

도면1



도면 2



KOREAN PATENT PUBLICATION (A)

(21) Application No.: 10-1998-0058284

(22) Application Date: December 24, 1998

5 (11) Laid-open Publication No. 2000-0042176

(43) Laid-open Publication Date: July 15, 2000

(71) Applicant:

POONGSAN CO., LTD.;

HAN SUH METAL WORKS CO., LTD.; and

10 POHANG RESEARCH INSTITUTE OF INDUSTRIAL SCIENCE &
TECHNOLOGY

(54) Title of Invention: METHOD FOR POWDER INJECTION-MOLDING
AUSTENITE STAINLESS STEEL

15

ABSTRACT

The present invention relates to a method for powder
injection-molding austenite stainless steel using high
pressure water sprayed powder, which is capable of improving
20 the density and mechanical characteristic of a sintered body.

The inventive method comprises the steps of mixing an
austenite stainless steel powder with a thermoplastic binder,
forming the resulting mixture into injection-moldable
pellets, injection-molding the pellets using a mold having a
25 desired shape to obtain an injection-molded product,
removing the binder component from the injection-molded

product, and sintering the binder-removed product at a high temperature, wherein the binder-removed product is subjected to a reduction process at a hydrogen atmosphere of 1000 to 1100 °C such that the binder-removed product has a pore volume of at least 8%, before the sintering step, and the binder component is removed by an extraction with a solvent and a pyrolysis.

Representative Drawing: Fig. 1

SPECIFICATION

Brief Description of the Drawings

Fig. 1 is a block view showing a method for powder injection-molding austenite stainless steel according to an embodiment of the present invention, and

Fig. 2 shows an injection-molded specimen used for the measurement of the properties in the present invention.

Detailed Description of the Invention

Purpose of the Invention

Background Art

The present invention relates to a method for powder injection-molding austenite stainless steel, which can

improve the strength of austenite stainless steel, particularly by efficiently conducting the binder-removal and heat-treatment procedure.

5 An injection-molding process of a metal powder generally comprises the steps of mixing a fine powder (an average particle size of below 20 μm) with a polymeric binder (mainly, a thermoplastic binder) to obtain a mixture, injection-molding the mixture using a desirably shaped mold equipped in an injection-molding apparatus to obtain an
10 injection-molded product, removing the binder component from the injection-molded product, and sintering the binder-removed product at a high temperature to obtain a final net-shape product requiring substantially no post-treatment.

15 When parts made of austenite stainless steel, which is known to be difficult to process as compared with a general carbon steel, are produced by such a powder injection-molding process, there are many advantages that the consumption of raw powder materials is reduced, mass-production is possible, and a density of greater than 95%
20 which is higher than 85 to 90 % of a conventional molding-pressing method can be achieved, thereby the mechanical strength including the corrosion-resistance can be improved. Particularly, 316L austenite stainless steel with non-magnetic nature has been frequently produced by the powder
25 injection-molding process since excellent corrosion- and abrasion-resistances can be achieved.

According to Standard Specification of MPIF (metal powder industry federation) of USA, the sintered body of 316L austenite stainless steel obtained by a metal powder injection-molding process should meet the requirements for characteristics of: a sintered density of greater than 7.6 g/cm³ (a relative density > 95%), a yield strength of 140-175 MPa, a tensile strength of 455-525 MPa, an elongation of 40-50 %, and a carbon content of 0.03 wt% or less. However, there are disadvantages that the strength of the sintered body is easily influenced by the binder removal condition, the sintering condition, etc., thus making the achievement of desired properties to be difficult.

Further, raw powder materials for a metal powder injection-molding process, which are conventionally prepared by a high pressure water spraying or gas spraying method, have several disadvantages.

Specifically, the powder prepared by the high pressure water spraying method, which uses water in forming powder particles from a molten metal, has disadvantages that the resulting powder particles are oxidized during the preparing process to contain about 0.3 to 0.4 wt% of oxygen, and have low filling characteristics due to their irregular shapes, thus resulting in poor sintered product, although they can be conducted at a low cost. Contrary to this, the powder prepared by the gas spraying method has disadvantages that a high production cost is required although the resulting

powder particles have a low oxygen content of about 0.1 to 0.15 wt% and spherical shapes, thus enhancing the filling characteristics and sintering density. However, for instance, when a powder prepared by the gas spraying method has an average particle size of 11.4 μm and a volume filling rate of 69%, the powder has a bending strength of 195 MPa and a tensile strength of 463 MPa which meet the requirements of MPIF, but it exhibits a poor sintering relative density of 93.7 % and a low elongation of 35% which do not meet the requirements of MPIF (see G. R. White and R. M. German, Adv. in Powder Metall. & Particulate Materials, Vol. 4, 1994, p185). In addition, when a powder prepared by the high pressure water spraying method has an average particle size of 15.4 μm , it has a tensile strength of 390 MPa and an elongation of 22% which do not meet the requirements of MPIF (see P. K. Minuth, P. Kunert, D. Meinhardt, F. Petzoldt and G. Veltl, Advs. in Powder Metall. & Particulate Materials, Vol. 3-11, 1994, p65).

Object of the Invention

It is, therefore, an object of the present invention to solve the problems of the prior arts and to develop a novel and economical method for powder injection-molding austenite stainless steel capable of improving the density

and mechanical strength of a sintered body using a high pressure water sprayed powder.

Constitution of the Invention

5

To achieve such objects, the present invention provides a method for powder injection-molding austenite stainless steel comprises the steps of mixing an austenite stainless steel powder with a thermoplastic binder, forming
10 the resulting mixture into injection-moldable pellets, injection-molding the pellets using a mold having a desired shape to obtain an injection-molded product, removing the binder component from the injection-molded product, and sintering the binder-removed product at a high temperature,
15 wherein the binder-removed product is subjected to a reduction process at a hydrogen atmosphere of 1000 to 1100 °C such that the binder-removed product has a pore volume of at least 8%, before the sintering step. In the inventive method, the binder component is preferably removed
20 by a solvent extraction and a pyrolysis.

The powder used in the present invention is prepared by a high pressure water spraying method, and preferably has an average particle diameter of 10 μm or less. If the diameter exceeds the upper limit, a sintered density of
25 greater than 7.6 g/cm³ cannot be achieved even though the pre-sintered body having a pore volume of at least 8% is

reduced.

The removal of the binder may be carried out by a two-step process comprising a solvent extraction followed by a pyrolysis using air or hydrogen gas, or conducted by a pyrolysis in a one step process. In the case of the pyrolysis using air, when the temperature for removal of the binder component is high, the oxygen content of the binder-removed body increases, thus increasing the amount of residual oxide and lowering the elongation after the reduction treatment and the final sintering with hydrogen. Further, the binder-removed body should be adjusted to have the carbon content in the range of 1 wt% or less, for controlling the remaining carbon content of the sintered body.

The reduction process of the binder-removed product is carried out at a condition such that the pore volume of the binder-removed product is at least 8%, before the sintering step. When the pore volume is less than 8%, the pores become closed, making the permeation of hydrogen gas used in the reduction into the inside of the sintered body to be difficult. Further, even if the pore volume is at least 8%, it is important to control the pore volume and the reduction temperature simultaneously since too low reduction temperature makes it difficult to remove the oxides present in the austenite stainless steel powder.

In the present invention, the reduction temperature

preferably ranges from 1000 to 1100 °C, and the reduction time preferably ranges from 1 to 4 hours. When the reduction time is more than 4 hours, the pores present in the binder-removed body change to closed pore shapes, thus providing no reduction effect.

The austenite stainless steel powder used in the present invention may be made mainly of iron, nickel, and chromium, and among them, chromium is easily influenced by the process conditions. In case of chromium, when the sintering temperature is 1260 °C, the dew point in the sintering furnace is preferably controlled to -32 °C or lower in order to minimize the formation of oxides. In view of the fact that a chromium element present in a solid-dissolved form in the stainless steel has an activity coefficient of 1 or less, and a chromium oxide has an activity coefficient of 1, in order to effectively reduce the chromium oxide, the control of the dew point is also important.

<Example>

In the following, the present invention is described in more detail with respect to the Examples and Comparative Examples, which are, however, not intended to limit the scope of the present invention.

In the drawings, Fig. 1 is a block view showing a

method for powder injection-molding austenite stainless steel according to an embodiment of the present invention.

In Examples according to the present invention, as a metal powder, a 316L austenite stainless steel powder having an average particle diameter of 8 μm and a composition shown in Table 1 was employed. For injection-molding, a mixture of the metal powder with a binder at a volume ratio of 53:47 was mixed at 150 $^{\circ}\text{C}$ for 1 hour in a sigma type mixer, and thereto was added a mixture of 20 wt% of ethylene vinyl acetate and 80 wt% of paraffin wax, and the resulting mixture was cooled, pulverized, and injection-molded to obtain a specimen as shown in Fig. 2.

Table 1

| Cr | Ni | Mo | Si | C | O | Fe |
|------|------|-----|------|------|------|----------------|
| 16.3 | 12.2 | 2.0 | 0.86 | 0.02 | 0.37 | Balance amount |

Subsequently, the binder component was removed from the specimen by a two step process comprising a solvent extraction followed by pyrolysis. The solvent extraction was carried out by immersing the specimen in an aliphatic petroleum solvent such as heptane at 45 $^{\circ}\text{C}$ for 7 hours or more to remove 95 % or greater of the paraffin wax in the binder component, and the pyrolysis was conducted by mounting the binder-removed specimen on an aluminum plate and heat-treating it in a horizontal tubular furnace under

an air or hydrogen atmosphere of 1 atm which is introduced at a flow rate of 1 L/min.

Thereafter, the binder-removed specimen was reduced and sintered under an atmosphere of pure hydrogen (dew point: -40 °C) at a temperature of 1000 - 1350 °C, and then tested for density in water, residual carbon content, and tensile characteristics. The tensile characteristics were conducted using Instron 8501 at a crosshead speed of 5 mm/min to determine the yield strength, the tensile strength, and the elongation.

The preparing conditions and the test results of the specimen according to the Examples of the present invention and the Comparative Examples as controls are represented in Table 2.

| Binder removal conditions | | | | | Sintering conditions and Properties of sintered body | | | | | | |
|---------------------------|-----------------|---------------|-------------|-------------|--|-------------------------|---------------------------------|----------------------------|------------------------------|------------------------|-------------|
| | Atmos- phere | Temp. (°C) | RC (wt%) | RO (wt%) | Reduc- tion cond. | Sinte- ring cond. | density (g/cm ³) | Yield Strength (MPa) | Tensile Strength (MPa) | Elong- ation (%) | RC (wt%) |
| Com. Ex.1 | H ₂ | 500 | 0.2 | 0.38 | - | 1350°C, 1hr | 7.52 | 214 | 521 | 50 | 0.06 |
| Com. Ex.2 | Air | 400 | 0.06 | 0.85 | - | 1350°C, 1hr | 7.55 | 218 | 288 | 15 | <0.01 |
| Com. Ex.3 | Air | 500 | 0.03 | 0.92 | 1100°C, 1hr | 1350°C, 1hr | 7.62 | 200 | 480 | 32 | <0.01 |
| Com. Ex.4 | H ₂ | 500 | 0.2 | 0.32 | 1200°C, 1hr | 1350°C, 1hr | 7.55 | 215 | 530 | 48 | 0.05 |
| Com. Ex.5 | H ₂ | 500 | 0.2 | 0.38 | 1000°C, 1hr | 1350°C, 1hr | 7.50 | 195 | 440 | 40 | 0.03 |
| Com. Ex.6 | H ₂ | 500 | 0.2 | 0.32 | 1100°C, 4hr | 1350°C, 1hr | 7.48 | 190 | 420 | 38 | 0.03 |
| Ex.1 | Air | 400 | 0.06 | 0.85 | 1000°C, 2hr | 1350°C, 1hr | 7.62 | 215 | 405 | 51 | <0.01 |
| Ex.2 | Air | 300 | 0.55 | 0.75 | 1100°C, 1hr | 1350°C, 1hr | 7.65 | 212 | 510 | 54 | 0.03 |
| Ex.3 | Air | 400 | 0.06 | 0.85 | 1100°C, 1hr | 1350°C, 1hr | 7.64 | 207 | 490 | 40 | 0.03 |
| Ex.4 | H ₂ | 500 | 0.2 | 0.38 | 1100°C, 1hr | 1350°C, 1hr | 7.62 | 219 | 540 | 53 | 0.03 |
| Ex.5 | H ₂ | 500 | 0.2 | 0.38 | 1100°C, 4hr | 1350°C, 1hr | 7.65 | 220 | 545 | 52 | 0.02 |

RC: Residual Carbon content

RO: Residual Oxygen content

As can be seen from Table 2, in case of Com. Ex. 1
5 wherein the raw powder materials were treated at 500 °C
under hydrogen atmosphere to remove the binder component
therefrom, and sintered at an elevated temperature without
conducting the reduction process, the sintered body
exhibited a low density not meeting the Standard
10 Specification of MPIF, and a high carbon content not
suitable for austenite 316L.

Further, the sintered body obtained in Com. Ex. 2
wherein the procedure of Com. Ex. 1 was repeated except for
conducting the binder removal process under an air
15 atmosphere of 400 °C also did not satisfy the Standard
Specification of MPIF in terms of the density, tensile
strength and elongation.

In case of Com. Ex. 3 wherein the binder-removed
specimen having an oxygen content of 0.9 wt% or more
20 although it was treated at 500 °C under air atmosphere, the
sintered body exhibited a low elongation nevertheless it was
reduced at 1100 °C for 1 hr.

Further, the sintered body obtained in Com. Ex. 4
wherein the procedure of Com. Ex. 1 was repeated except for
25 conducting the reduction at 1200 °C exhibited a pore volume
of less than 8%, thereby the reduction and carbon removal
cannot be efficiently conducted, thus resulting in a poor
density and a high carbon content.

The experiment of Com. Ex. 5 wherein the reduction was conducted at 1000 °C resulted in a sintered body having a poor density. In the experiment of Com. Ex. 6, the raw powder materials having an average particle size of 15 μm was employed, and a sintered body having a poor density and elongation was obtained.

In contrast, the sintered bodies obtained in Examples 1 to 5 according to the present invention satisfied all the specifications of MPIF.

Effect of the Invention

As mentioned previously, the inventive method for powder injection-molding austenite stainless steel can improve the density and mechanical characteristic of a sintered body by way of conducting a reduction process of the binder-removed material at a hydrogen atmosphere of 1000 to 1100 °C such that the pore volume of the binder-removed material is at least 8%.

While the invention has been described with respect to the specific embodiments, it should be recognized that various modifications and changes may be made by those skilled in the art to the invention which also fall within the scope of the invention as defined by the appended claims.

CLAIMS

1. A method for powder injection-molding austenite stainless steel comprising the steps of: mixing an
5 austenite stainless steel powder with a thermoplastic binder; forming the resulting mixture into injection-moldable pellets; injection-molding the pellets using a mold having a desired shape to obtain an injection-molded product; removing the binder component from the
10 injection-molded product; and sintering the binder-removed product at a high temperature, wherein the binder-removed product is subjected to a reduction process at a hydrogen atmosphere of 1000 to 1100 °C such that the binder-removed product has a pore volume
15 of at least 8%, before the sintering step.

2. The method of claim 1, wherein the binder component is removed by an extraction with a solvent and a
20 pyrolysis.

Fig. 1

mixing austenite stainless steel powder
with thermoplastic binder

5



forming the resulting mixture into
injection-moldable pellets, and
injection-molding the pellets
using a mold having a desired shape

10

to obtain an injection-molded product



removing the binder component
from the injection-molded product



15

reducing the binder-removed product
at a hydrogen atmosphere of 1000 to 1100 °C
such that it has a pore volume of at least 8%



sintering the binder-removed product

20

at a high temperature

Fig. 2

